# JP2003071394

**Publication Title:** 

HIGH-PRESSURE TREATMENT APPARATUS

Abstract:

Abstract of JP2003071394

PROBLEM TO BE SOLVED: To realize a high-pressure treatment apparatus having a double- structured chamber to the inner chamber of which high pressure withstanding strength is unnecessary. SOLUTION: A substrate 103 is placed in the inner chamber 102 of the double- structured chamber 100 and cleaned by a supercritical fluid in which a liquid chemical to be supplied from a liquid chemical tank 170 is mixed. Another supercritical fluid containing no liquid chemical is supplied to the gap region between an outer chamber 101 and the chamber 102. A communication port 106 is formed on the wall of the chamber 102 so that the supercritical fluid can be made to pass through the port 106 freely between the chamber 102 and the gap region. The pressure of the gap region and that of the chamber 102 to be detected by the first and second pressure detectors 230 and 240 are adjusted by the first and second pressure adjusting valves 210 and 220 under the control of a pressure controlling part 200.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of http://v3.espacenet.com

#### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-71394 (P2003-71394A)

(43)公開日 平成15年3月11日(2003.3.11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	戲別記号	F I	テーマコード( <b>参考</b> )
во 8 В 3/02		B 0 8 B 3/02	Λ 3B201
H01L 21/304	643	H01L 21/304	6 4 3 C

# 審査請求 未請求 請求項の数4 〇L (全 9 頁)

		Ed Twisterd	Name of the second seco
(21)出顧番号	特願2001-261319(P2001-261319)	(71)出願人	00020/551
			大日本スクリーン製造株式会社
(22) 出顧日	平成13年8月30日(2001.8.30)		京都府京都市上京区堀川通寺之内上る4丁
			目天神北町1番地の1
		(71)出顧人	000001199
			株式会社神戸製鋼所
			兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
	•	(74)代理人	100098291
			弁理士 小笠原 史朗

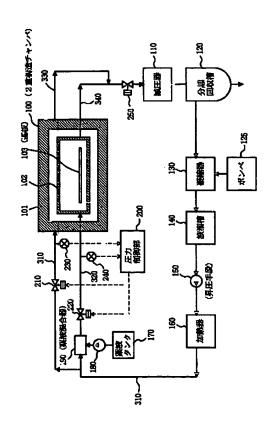
### 最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 高圧処理装置

#### (57)【要約】

【課題】 内部チャンバには高耐圧性が不要な2重構造 チャンバを有する高圧処理装置を実現する。

【解決手段】 2重構造チャンバ100の内部チャンバ102には基板103が格納され、薬液タンク170から供給される薬液を混合された超臨界流体により洗浄される。また、外部チャンバ101内の隙間領域には、薬液を含まない超臨界流体が供給される。内部チャンバ102には通過口106が形成され、隙間領域との間で超臨界流体が自由に出入りすることができる。第1および第2の圧力調整弁210および220は、第1および第2の圧力検知器230および240によって検知される隙間領域と内部チャンバ102内の圧力を圧力制御部200の制御に基づき調整する。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高圧流体あるいは高圧流体と薬剤との混合物を処理流体として被処理物を処理する高圧処理装置であって、

内壁が非金属材料で構成されており、前記被処理物をその内部に格納することができる内部チャンバと、耐圧材で構成されており、前記内部チャンバとの間に所定の隙間領域が形成されるように、前記内部チャンバをその内部に格納する外部チャンバとを有する2重構造の高圧処理部と、

前記内部チャンバの内部および前記隙間領域内へ前記処理流体を供給する流体供給手段とを備え、

前記内部チャンバには、その内部と前記隙間領域とを連絡する通過口が開口され、前記流体供給手段により供給される処理流体が流通することを特徴とする、高圧処理装置。

【請求項2】 前記流体供給手段は、

第1の処理流体を前記隙間領域内へ供給する第1の流体 供給手段と、

第2の処理流体を前記内部チャンバの内部へ供給する第 2の流体供給手段とを含む、請求項1に記載の高圧処理 装置。

【請求項3】 前記隙間領域内における前記第1の処理 流体の圧力を、前記内部チャンバ内における前記第2の 処理流体の圧力以上になるように制御する、圧力制御手 段をさらに備える、請求項2に記載の高圧処理装置。

【請求項4】 前記通過口は、前記第2の処理流体の流れ方向に沿って、前記被洗浄物に対して下流の位置に開口されていることを特徴とする、請求項2または請求項3に記載の高圧処理装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体ウェハ、液晶表示装置用ガラス基板の如きFPD(FlatPanel Display)用基板、フォトマスク用ガラス基板および光ディスク用基板、電子部品などのエレクトロニクス分野における各種基板(以下、単に「基板」と称する)、その他の各種部材を、高圧状態の処理流体を用いて処理する高圧処理装置に関する。

### [0002]

【従来の技術】近年、電子部品等が形成された基板の洗 浄における脱フロン化の流れに伴い、超臨界二酸化炭素 のような低粘度の高圧状態の処理流体を剥離液またはリ ンス液として使用することが注目されている。

【0003】また、近年の半導体デバイスの縮小化(シュリンク)によって、更にデバイスの設計ルール(テクノロジーノード)がより微細化しており、その勢いは更に加速されている。この様な半導体デバイスにおいては、構造上非常に微細な溝(トレンチ)や穴(ホール)の洗浄が必要である。前者はキャパシタ(コンデンサー

の容量部分)や横配線(平面的な配線)、後者は縦配線 (三次元的な配線、横配線と横配線との接続、トランジ スタのゲート電極への接続)等である。

【0004】この様な微細な構造は、その幅の深さの比、いわゆるアスペクト比(縦横比)が非常に大きくなってきており、幅が狭く深い溝や径が小さく深い穴を形成している。この幅や径がサブミクロンになっていて、そのアスペクト比も10を超えるようなものが出現している。この様な微細構造をドライエッチング等で半導体基板上に製造した後には、上部の平坦部分のみならず、溝や穴の側壁やその底にレジスト残骸や、ドライエッチングで変質したレジスト、底の金属とレジストの化合物、酸化した金属等の汚染が残っている。

【0005】これらの汚染は、従来、溶液系の薬液によ って洗浄していた。しかし、この様な微細な構造では、 薬液の侵入及び純水による置換がスムーズにいかなくな り、洗浄不良が生じるようになってきている。また、エ ッチングされた絶縁物が配線による電気信号の遅延を防 止するために、低誘電率の材料(いわゆるLow-k 材)を使用しなくてはならなくなり、薬液によってその 特性である低誘電率が悪化すると言う問題が発生してい る。その他、配線用の金属が露出している場合は、金属 を溶解する薬液が使用できない等の制限も生じている。 【0006】このような、半導体デバイスの微細構造の 洗浄に、その特性から超臨界流体が注目されている。超 臨界流体では、溶液系の薬液のように低誘電率の絶縁物 に浸透しても残留しないため、その特性を変化させるこ とが無い。従って、半導体デバイスの微細構造の洗浄に 非常に適していると言え、多いに注目されている。

【0007】超臨界流体とは、図3に示すように、臨界圧力Pc以上かつ臨界温度Tc以上(同図網掛け部分)で得られる物質の状態をいう。この超臨界流体は、液体と気体の中間的性質を有するため、精密な洗浄に適しているといえる。すなわち、超臨界流体は、液体に近い密度を持ち溶解性が高いため、有機成分の洗浄に有効であり、気体のように拡散性が優れるため、短時間に均一が洗浄が可能であり、気体のように粘度が低いため、微細な部分の洗浄に適しているのである。

【0008】この超臨界流体に変化させる物質には、二酸化炭素、水、亜酸化窒素、アンモニア、エタノール等が用いられる。主に二酸化炭素は、臨界圧力Pcが7.4MPa、臨界温度Tcが約31℃であり、比較的簡単に超臨界状態が得られること、及び無毒であることから、多く用いられている。図3は、以上のような二酸化炭素の相平衡図を示したグラフである。

【0009】一方、基板の洗浄においては、重金属汚れは特に取り除かなければならない汚れの一つである。従来の超臨界流体を用いた洗浄においては、被洗浄物を収納する耐圧洗浄槽がステンレス等の金属製であるため、耐圧洗浄槽からの重金属が超臨界流体中に溶け込み、結

果として被洗浄物を汚染してしまう可能性があった。か といって、非金属性の耐腐食洗浄槽を用いれば、耐圧構 造にすることによって装置規模が大きくなってしまう。 また、耐圧性に対する信頼性もそれほど高くはない。

【0010】そこで、非金属製の内槽と耐圧性の洗浄槽の2重構造を有するチャンバを用いた超臨界流体装置が提案されている。図4は、このような従来例に係る2重構造チャンバを用いた超臨界流体処理装置の模式図であり、特開平11-156311号公報において開示されている。

【0011】図4において、洗浄槽1は2重構造となっており、内部に非金属材料から成る非金属製内槽5を有している。非金属製内槽5の内部には、被洗浄物9が載置され、非金属製内槽用蓋19を閉じるとシールドされて、隙間領域11との間の流体の出入りが防止される。非金属製内槽5の内部及びその外側の隙間領域11には、同時に洗浄溶媒としての超臨界流体が導出入され、非金属製内槽5の内外の圧力は略一定に保たれる。

【0012】当該洗浄溶媒は、新たに容器10より仕切り弁13を介して供給され、高圧ポンプ7により圧縮されるとともにヒーター6により加熱され、仕切り弁12を介して洗浄槽1内へ導入される。洗浄が終わると、仕切り弁14が開けられて、汚れた洗浄溶媒が分離槽2へ導かれる。分離槽2では、圧力を減少させて、ガス相と液・固相とに分離する。気体状態となった洗浄溶媒は、再利用のために、減圧弁16を介して液化装置3が液化され、液溜器4に貯蔵される。

【0013】このように、従来の超臨界流体処理装置に係る2重構造チャンバは、その内外の圧力を略同一にされており、密閉された非金属製内槽が用いられる。このことにより、強度が低い内槽を用いながら、内槽の外部から内部への超臨界流体の移動を防止して、被洗浄物の汚染を防止することができる。

#### [0014]

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記従来例においては、以下のような問題点がある。上記従来例においては、非金属製内槽用蓋19を閉じると非金属製内槽5はシールドされて密閉状態となるが、超臨界流体洗浄は前述したように数十気圧もの高圧状態で行われることから、非金属製内槽5の内外でのわずかな圧力制御のズレが、過大な圧力差を生じ内槽5が破壊してしまうことになる。

【0015】したがって、圧力制御には高い精度が要求され、また、安全かつ確実に密閉状態を保つためには、 非金属製内槽5にも相当の耐圧性が要求される。このことにより、装置の大型化と高コスト化を招くことになる。

【0016】そこで、この発明は上記課題に鑑みてなされたもので被処理物の汚染を防止しながら、内側の非金属製内槽に大きな耐圧性が要求されない2重構造チャン

バを有する高圧処理装置を提供することにある。 【0017】

【課題を解決するための手段および発明の効果】上記目的を達成するために、第1の発明は、高圧流体あるいは高圧流体と薬剤との混合物を処理流体として被処理物を処理する高圧処理装置であって、内壁が非金属材料で構成されており、被処理物をその内部に格納することができる内部チャンバと、耐圧材で構成されており、内部チャンバとの間に所定の隙間領域が形成されるように、内部チャンバをその内部に格納する外部チャンバと、を有する2重構造の高圧処理部と、内部チャンバの内部と、隙間領域内へ処理流体を供給する流体供給手段とを備え、内部チャンバには、その内部と隙間領域とを連絡する通過口が開口され、流体供給手段により供給される処理流体が流通することを特徴とする。

【0018】上記のように、第1の発明によれば、何らかの理由により内部チャンバと外部チャンバとの圧力差が生じたとしても、通過口を介して処理流体が自由に出入りできるので、継続的に圧力差が増大していく恐れが少ない。よって、内部チャンバの耐圧性が低くても安全に装置を構成することができるので、装置の小型化と低コスト化を図ることができる。

【0019】第2の発明は、第1の発明に従属する発明であって、流体供給手段は、第1の処理流体を隙間領域内へ供給する第1の流体供給手段と、第2の処理流体を内部チャンバの内部へ供給する第2の流体供給手段とを備えることを特徴とする。

【0020】上記のように、第2の発明によれば、内部チャンバの内部と隙間領域には、それぞれ処理流体が異なる流体供給手段により供給される。その結果、圧力差が生じ易くなるが、第1の発明と同様に継続的に圧力差が増大していく恐れが少ない。

【0021】また、前述のような超臨界流体洗浄法においては、所望の洗浄効果を得るために、被洗浄物および洗浄対象である汚れに応じた薬剤等(以下、助剤と称する)を超臨界流体に混合して用いるのが一般的である。よって、第2の発明によれば、隙間領域内へ第1の処理流体として超臨界流体を、内部チャンバの内部へ第2の処理流体として高圧流体と薬剤との混合物を供給することができる。

【0022】ここで助剤について説明する。二酸化炭素 流体はヘキサン程度の溶解力を有しているため、基板表 面の水分や油脂分等の除去は容易に行えるが、レジスト やエッチングポリマー等の高分子汚染物質に対する溶解 力は不十分であって、二酸化炭素単独でこれらの汚染物 質を剥離・除去することは難しい。このため、二酸化炭 素にさらに薬液(助剤)を添加して、高分子汚染物質を 剥離・除去するように助剤が用いられる。

【0023】第3の発明は、第2の発明に従属する発明であって、隙間領域内における第1の処理流体の圧力

を、内部チャンバ内における第2の処理流体の圧力以上 になるように制御する、圧力制御手段をさらに備えてい ることを特徴とする。

【0024】上記のように、第3の発明によれば、内部チャンバの内側を流れる処理流体が内部チャンバの外側へ流出することがない。したがって、外部チャンバの内壁が汚染物質を含んだ内部チャンバ内側の処理流体で汚染されるこがない。また、内部チャンバの耐圧性が低くても安全に装置を構成することができるので、装置の小型化と低コスト化を図ることができる。

【0025】ここでも、洗浄溶媒として助剤が添加された超臨界流体を用いることが考えられるが、助剤は、重金属等を洗浄するために腐食性を有することが多い。したがって、一般的な金属製の耐圧洗浄槽をそのまま用いれば、当該洗浄槽が腐食ないし劣化するとともに、洗浄槽を構成する金属が超臨界流体中に溶け出して、被処理物を汚染することになる。

【0026】また、本発明のように、内部チャンバを非金属材料で構成した場合、内部チャンバ内に載置された被処理物の汚染を防止することはできるとしても、金属製の耐圧材で構成される外部チャンバは、その内壁が助剤によって腐食ないし劣化することは避けられず、外部チャンバの耐久性が著しく低下することになる。

【0027】よって、第3の発明によれば、内部チャンバの内側を流れる助剤入りの超臨界流体が内部チャンバの外側へ流出することがない。したがって、耐圧材が金属製などの外部チャンバであっても、内壁が助剤によって腐食ないし劣化することはなく、外部チャンバの耐久性が低下しないようにすることができる。

【0028】第4の発明は、第2の発明または第3の発明に従属する発明であって、通過口は、第2の処理流体の流れ方向に沿って、被処理物に対して下流の位置に開口されていることを特徴とする。

【0029】上記のように、第4の発明によれば、金属製などの外部チャンバの内壁に触れて流れる第1の処理流体は、内部チャンバの内側へ流入したとしても、第2の処理流体の上流側に載置された被処理物へ到達することがない。したがって、金属製内壁に触れて流れる処理流体による被処理物への汚染移りを防止することができ、精密洗浄プロセスにも容易に対応することができる。

【0030】ここで、本発明において用いられる高圧流体は、所定の高圧状態が1MPa以上であればよく、好ましくは、高密度、高溶解性、低粘度、高拡散性の性質が認められる流体である。安全性、価格、超臨界状態にするのが容易、といった点で、二酸化炭素が好ましい。【0031】高圧流体を用いるのは、拡散係数が高く、溶解した汚染物質を媒体中に分散することができるためであり、より高圧にして超臨界流体にした場合には、気体と液体の中間の性質を有するようになって微細なパタ

ーン部分にもより一層浸透することができるためである。よって亜臨界流体や高圧ガスを用いて実施できることは言うまでもない。また、高圧流体の密度は、液体に近く、気体に比べて遥かに大量の添加剤を含むことが出来る。

【0032】さらに、洗浄および洗浄後のリンス工程では、5MPa以上に昇圧される処理流体を供給すれば好適に実施できる。そして、5~30MPaで行うことが好ましく、より好ましくは7.1~20MPaである。【0033】なお、亜臨界流体とは、一般的に図3において、臨界点手前の領域にある高圧状態の液体を言う。この領域の流体は、超臨界流体とは、区別される場合があるが、密度等の物理的性質は連続的に変化するため、物理的な境界は存在しなく、亜臨界流体として使用される場合もある。亜臨界あるいは広義には臨界点近傍の超臨界領域に存在するものは高密度液化ガスとも称する。【0034】

【発明の実施の形態】以下では、この発明の実施の形態を、添付図面を参照して詳細に説明する。図1は、本発明の一実施形態に係る高圧処理装置の模式的なブロック図である。図中において、矢印は流体の流れ方向を表している。図1において、本高圧処理装置は、金属等の耐圧材で構成される外部チャンバ101と、非金属材料、例えば石英等の耐腐食材で構成された内部チャンバ102とを有する2重構造チャンバ100を含む。

【0035】そして、本高圧処理装置は、ボンベ125 と、凝縮器130と、液溜槽140と、昇圧手段150 と、加熱器160と、薬液混合器190と、2重構造チャンバ100と、減圧器110と、分離回収槽120と で構成される。

【0036】まず、本実施形態の高圧処理装置の各構成を説明する。ボンベ125には、基板の洗浄に用いられる液体状の二酸化炭素が封入されている。凝縮器130は、分離回収槽120から供給される気体の二酸化炭素を冷却して液化させる。昇圧手段150は、凝縮器130で液化された液体二酸化炭素を、臨界圧力Pc以上の所定の圧力まで昇圧させる。加熱器160は、昇圧手段150で昇圧された液体二酸化炭素を、臨界温度Tc以上の所定の温度まで加熱する。これにより、液体の二酸化炭素が超臨界流体へ変化する。この超臨界二酸化炭素が本発明の高圧流体に相当する。

【0037】また、超臨界流体は、後述するように装置内部において循環供給される。ボンベ125から供給される液体二酸化炭素と、分離回収槽120から供給された気体の二酸化炭素が凝縮器130によって液化され、液溜槽140に蓄積される。蓄積された液体の二酸化炭素は、加圧ポンプ等の昇圧手段150によって所定の圧力まで加圧され、加熱器160によって所定の温度まで加熱されて超臨界流体となり、SCF供給ライン310へ送られる。

【0038】SCF供給ライン310は、途中で2分岐されており、一方は第1の圧力調整弁210を介して、内部チャンバ102と外部チャンバ101との隙間領域へ接続され、他方は薬液混合器190へ接続されている。

【0039】薬液混合器190へは、薬液タンク170から、薬液ポンプ180を介して具体的には2種類の薬液が供給される。本実施例においては、半導体基板に付着したレジストやエッチングポリマー等の高分子汚染物質も除去するため、二酸化炭素の高圧流体だけでは洗浄力が不充分である点を考慮して、薬液を添加した処理流体にて洗浄処理を行う。

【0040】この添加する薬液を助剤と称するが、助剤としては、洗浄成分に塩基性化合物を用いることが好ましい。レジストを多用される高分子物質を加水分解する作用があり、洗浄効果が高いためである。塩基性化合物の具体例としては、第四級アンモニア水酸化物、第四級アンモニアフッ化物、アルキルアミン、アルカノールアミン、ヒドロキシルアミン( $NH_2$  OH)およびフッ化アンモニウム( $NH_2$ F)よりなる群から選択される1種以上の化合物が挙げられる。洗浄成分は、高圧流体に対し、 $0.05\sim8$ 質量%含まれていることが好ましい。

【0041】上記塩基性化合物等の洗浄成分が高圧流体に非相溶である場合には、この洗浄成分を二酸化炭素に溶解もしくは均一分散させる助剤となり得る相溶化剤を薬液として用いることが好ましい。

【0042】相溶化剤としては、洗浄成分を高圧流体と相溶化させることができれば特に限定されないが、メタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類や、ジメチルスルホキシド等のアルキルスルホキシドが好ましいものとして挙げられる。相溶化剤は、洗浄工程では、高圧流体の10~50質量%の範囲で適宜選択するればよい。

【0043】この、助剤の種類や数は、対象基板や洗浄目的等に基づいて自由に設定することができる。なお、これらの薬液が本発明の薬剤に相当する。

【0044】薬液混合器190は、供給される薬液(助剤と相溶化剤)と、生成された超臨界二酸化炭素とを所定の割合で混合し、薬液入りの超臨界流体を生成する。 生成された薬液入りの超臨界流体は、第2の圧力調整弁220を介して、薬液入りSCF供給ライン320によって2重構造チャンバ100の内部チャンバ102の内部へ供給される。

【0045】処理槽としての2重構造チャンバ100では、生成され薬液が混合された超臨界二酸化炭素を用いて基板が洗浄される。

【0046】減圧器110は、2重構造チャンバ100 において洗浄処理が終わった薬液が混合された超臨界二 酸化炭素と、薬液が混合されていない超臨界二酸化炭素 を減圧する。そのことによって超臨界二酸化炭素が気化される。分離回収槽120では、減圧器110で気化された二酸化炭素と、薬液(助剤と相溶化剤)と汚染物質とが分離されると共に、気体の二酸化炭素が再び凝縮器140へ供給される。

【0047】内部チャンバ102には、被処理物である基板103が格納されている。基板103は、薬液入りSCF供給ライン320から供給された薬液入りの超臨界流体によって洗浄される。また、内部チャンバ102と外部チャンバ101との隙間領域には、SCF供給ライン310から薬液の混合されていない超臨界流体が供給される。

【0048】したがって、外部チャンバ101の内壁には、薬液の混合されていない超臨界流体が接触するのみであり、薬液による外部チャンバ101の腐食ないし劣化が生じることはない。このことは、内部チャンバ102に通過口が開口されていない場合はもちろん、開口されている場合でも同様にすることができる。このような、2重構造チャンバ100の詳細な構成については後述する。

【0049】なお、上記の構成はそれぞれ本発明の構成と以下のように相当する。すなわち、薬液入りSCF供給ライン320が第2の流体供給手段、薬液入りの超臨界流体が第2の処理流体、SCF供給ライン310が第1の流体供給手段、薬液の混合されていない超臨界流体が第1の処理流体に相当する。

【0050】ここで、第1および第2の圧力調整弁21 0および220は、内部チャンバ102と外部チャンバ 101との隙間領域内の圧力と、内部チャンバ102内 の圧力とをそれぞれ調整する。また、それぞれの圧力 は、SCF供給ライン310上に設けられた第1の圧力 検知器230と、薬液入りSCF供給ライン320上に 設けられた第2の圧力検知器240とによって検知され る。

【0051】なお、第1および第2の圧力検知器230および240は、外部チャンバ101との隙間領域内の圧力と、内部チャンバ102内の圧力とをそれぞれ検知できればよいので、2重構造チャンバ100内の適切な所定の位置に設けられてもよい。また、差圧計により内部チャンバ102内の圧力と、外部チャンバ101との隙間領域内の差圧を測定してもよい。

【0052】第1および第2の圧力検知器230および240によって検知された圧力値は、圧力制御部200 へ送られる。圧力制御部200は、第1の圧力検知器230によって検知された圧力値POと、第2の圧力検知器240によって検知された圧力値PIとを比較し、PO≧PIの関係になるように、第1および第2の圧力調整弁210および220を制御する。但し、圧力差分値(PO-PI)は、内部チャンバ102が破壊されないような所定範囲内の値であるものとし、典型的には、比

較的小さな所定値である。このような圧力制御を行う理由については後述する。なお、この第1および第2の圧力調整弁210および220と、第1および第2の圧力検知器230および240と、圧力制御部200が、本発明の圧力制御手段に相当する。

【0053】以上のように供給された内部チャンバ102内の薬液入りの超臨界流体は、薬液入りSCF排出ライン340によって排出される。また、前述の隙間領域内の超臨界流体は、SCF排出ライン330によって排出される。排出されたこれらの超臨界流体は、仕切り弁250を介して、減圧器110によって減圧されて、ガス化され、分離回収槽120で分離され排出される。ガス化された二酸化炭素は、凝縮器130へ送られて、前述のように再利用される。

【0054】次に、2重構造チャンバ100の詳細な構成について説明する。図2は、2重構造チャンバ100の詳細な構造を示した概略的な部分断面図である。なお、図1の構成部と同一の構成部には、図2においても同一の符号を付して、説明を省略する。また、本図中においても、矢印は流体の流れ方向を表している。

【0055】図2において、基板保持部104は、内部チャンバ102の内部に設けられており、基板103を保持する。なお、基板103は、一枚であるように図示されているが、複数枚であってもよく、さらには基板以外の被洗浄物であってもよい。継ぎ手105aは、助剤入りSCF供給ライン320と、内部チャンバ102とを接続し、継ぎ手105bは、薬液入りSCF排出ライン340と内部チャンバ102とを接続する。

【0056】通過口106は、超臨界流体の流れ方向に沿って、すなわち、内部チャンバ102内部においては薬液入りの超臨界流体の流れる方向で、隙間領域内では超臨界流体の流れる方向に沿って、基板103よりも下流側の位置に1つ以上が開口されている。通過口106の形状は、穴状であっても、スリット状であってもよく、その大きさも限定されない。

【0057】この通過口106によって、内部チャンバ102の内側と外側を超臨界流体が自由に出入りできるようになる。但し、前述のように、圧力制御部200によって、内部チャンバ102の外側の圧力は、その内側の圧力よりもやや高くなるように制御されている。したがって、図中の矢印で示されるように、超臨界流体は、内部チャンバ102の外側から内側へ流入することになる。以上の2重構造チャンバ100が、本発明の2重構造の高圧処理部に相当する。

【0058】次に、この構成による本実施形態に係る高 圧処理装置で行われる基板の洗浄動作を説明する。な お、本実施形態では、高圧流体として二酸化炭素を用い た場合を説明するが、その他、亜酸化窒素、アルコー ル、エタノール、水等の超臨界流体の状態へ変化できる 物質であってもよい。 【0059】まず、基板103が基板保持部104に設置される。基板103が設置されると、以下の洗浄処理が開始される。

【0060】最初に、二酸化炭素はボンベ125内に5~6MPaの圧力で液体として貯留されており、この液体二酸化炭素が凝縮器130を介して液溜槽140へ供給されて液体として貯蔵される。液体二酸化炭素は、昇圧手段150において臨界圧力Pc以上の圧力まで昇圧され、さらに加熱器160において臨界温度Tc以上の所定の温度まで加熱されて超臨界流体となり、薬液混合器190へ順次送られる。ここで、所定の圧力及び温度は、洗浄対象である基板の種類や所望する洗浄性能に基づいて、自由に設定することが可能である。

【0061】薬液ポンプ180により薬液を薬液混合器190へ供給させる。薬液混合器190は、供給される薬液と超臨界二酸化炭素とを混合し、薬液が所定の濃度だけ混合された超臨界二酸化炭素を、内部チャンバ102へ送出する。一方、外部チャンバ101との隙間領域内へも同時に、SCF供給ライン310より超臨界二酸化炭素が導入される。

【0062】2重構造チャンバ100では、この高圧状態の薬液が混合された超臨界二酸化炭素よって基板の洗浄が行われ、所定の期間だけ循環させて基板の洗浄が行われる。この基板の循環洗浄は、洗浄に要する時間を短縮することを目的として行われる。

【0063】この基板洗浄処理の期間、圧力制御部200によって隙間領域の圧力が内部チャンバ102内における圧力以上に制御される。圧力制御部200は、第1の圧力検知器230によって検知された圧力値POと、第2の圧力検知器240によって検知された圧力値PIとを比較し、PO≧PIの関係になるように、第1および第2の圧力調整弁210および220を制御する。

【0064】このように内部チャンバ102に通過口106を開口して、かつ上述のような圧力制御を行えば、内部チャンバ102の内側を流れる薬液入りの超臨界流体が処理工程中に内部チャンバ102の外側へ流出することはない。したがって、外部チャンバ101の耐食が薬液によって腐食ないし劣化することがなく、外部チャンバ101の耐久性が低下することもない。

【0065】また、隙間領域内へ薬液の混合されていない超臨界流体が供給されるので、金属などで構成される外部チャンバの内壁は、薬液の混合されていない超臨界流体が接触するだけである。したがって、薬液による外部チャンバの腐食ないし劣化を防止することができる。【0066】さらに、何らかの理由により圧力制御が乱れたとしても、通過口106を介して超臨界流体が自由に出入りすることができるので、継続的に圧力差が増大していく恐れが少ない。よって、内部チャンバ102の耐圧性が低くても安全に装置を構成することができるの

で、装置の小型化と低コスト化を図ることができる。

【0067】また、図2に示されるように、超臨界流体の流れ方向に沿って基板103よりも下流側の位置に通過口106が開口されている。このことから、金属製の外部チャンバ101の内壁に触れて流れる超臨界流体は、内部チャンバ102の内側へ流入したとしても、上流側に載置された基板103へ到達することがない。したがって、金属製内壁に触れて流れる超臨界流体による基板103への汚染移りを防止することができ、精密洗浄プロセスにも容易に対応することができる。

【0068】以上、本発明によれば、非金属製等の内部 チャンバ102には大きな耐圧性が要求されないよう な、2重構造チャンバ100を有する高圧処理装置を実 現することができる。

【0069】なお、本発明は、上述した実施例および変形例に限定されるものではなく、以下のように他の形態でも実施することができる。

【0070】(1)上記実施形態では、2重構造チャンバ100の下流側に減圧器110を配置して、超臨界流体を気化した後、分離回収槽120に送出する構成としているが、分離回収槽において減圧した後、気液分離するよう構成してもよい。

【0071】(2)また、上記高圧処理装置は、基板洗浄について説明したが、基板乾燥や基板現像に用いられるものであっても良い。即ち、2重構造チャンバ100にリンス洗浄(水洗)後の基板を搬入設置する。この2重構造チャンバ100内で基板に付着した水分を超臨界または亜臨界状態にある高圧状態の処理流体中に溶解し除去する。この後、処理流体は上記実施例と同様に回収され再利用される。

【0072】そして、乾燥や現像のために本発明の高圧処理装置を用いる場合は、乾燥または現像ずべきレジストの性質に応じて、キシレン、メチルイソブチルケトン、第4級アンモニウム化合物、フッ素系ポリマー等を薬液とすればよい。

【0073】その他、特許請求の範囲に記載された技術的事項の範囲で種々の設計変更を施すことが可能である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態に係る高圧処理装置の模式 的なブロック図である。

【図2】2重構造チャンバ100の詳細な構造を示した 概略的な部分断面図である。

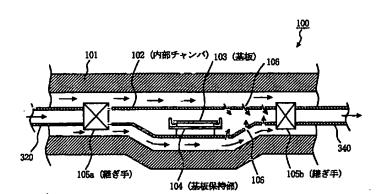
【図3】超臨界流体として用いられる二酸化炭素の相平 衡図を示したグラフである。

【図4】耐腐食性の内槽と耐圧性の洗浄槽の2重構造を 有するチャンバを用いた従来例に係る超臨界流体処理装 置の模式図である。

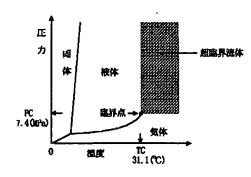
#### 【符号の説明】

- 100 2重構造チャンバ
- 101 外部チャンバ
- 102 内部チャンバ
- 103 基板
- 104 基板保持部
- 105a、105b 継ぎ手
- 106 通過口
- 110 減圧器
- 120 分離回収槽
- 130 凝縮器
- 140 液溜槽
- 150 昇圧手段
- 160 加熱器
- 170 薬液タンク
- 180 薬液ポンプ
- 190 薬液混合器
- 200 圧力制御部
- 210 第1の圧力制御弁
- 220 第2の圧力制御弁
- 230 第1の圧力検知器
- 240 第2の圧力検知器
- 250 仕切り弁
- 310 SCF供給ライン
- 320 薬液入りSCF供給ライン
- 330 SCF供給排出ライン
- 340 薬液入りSCF排出ライン

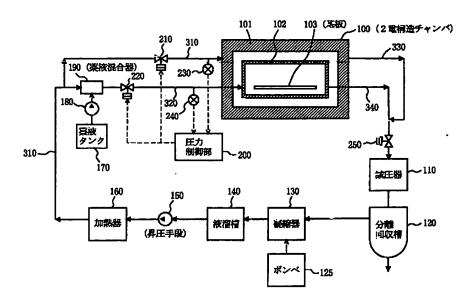
【図2】



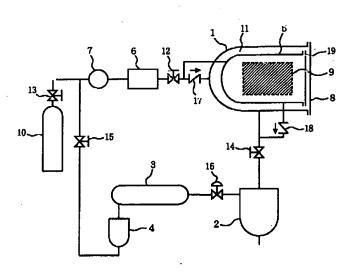
【図3】



# 【図1】



【図4】



## フロントページの続き

(72)発明者 斉藤 公続

京都市上京区堀川通寺之内上る4丁目天神 北町1番地の1 大日本スクリーン製造株 式会社内

(72)発明者 村岡 祐介

京都市上京区堀川通寺之内上る4丁目天神 北町1番地の1 大日本スクリーン製造株 式会社内

(72)発明者 溝端 一国雄

京都市上京区堀川通寺之内上る4丁目天神 北町1番地の1 大日本スクリーン製造株 式会社内 (72)発明者 北門 龍治

京都市上京区堀川通寺之内上る4丁目天神 北町1番地の1 大日本スクリーン製造株 式会社内

(72)発明者 井上 陽一

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

(72)発明者 大柴 久典

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内 (9) 開2003-71394 (P2003-71394A)

(72)発明者 坂下 由彦 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号

(72)発明者 渡邉 克充

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

Fターム(参考) 3B201 AA02 BB21 BB82 BB90 BB92 BB95